

# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/005966

International filing date: 29 March 2005 (29.03.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP  
Number: 2004-138863  
Filing date: 07 May 2004 (07.05.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 28 April 2005 (28.04.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

06.4.2005

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2004年 5月 7日  
Date of Application:

出願番号 特願2004-138863  
Application Number:

[ST. 10/C] : [JP2004-138863]

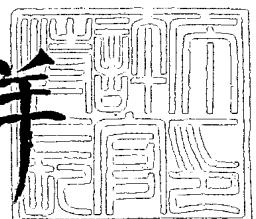
出願人 京セラ株式会社  
Applicant(s):

2004年12月 1日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小川

洋



【書類名】 特許願  
【整理番号】 0000347441  
【提出日】 平成16年 5月 7日  
【あて先】 特許庁長官殿  
【国際特許分類】 B23B 27/14  
C23C 16/30

【発明者】  
【住所又は居所】 鹿児島県川内市高城町 1810番地 京セラ株式会社鹿児島川内工場内  
【氏名】 谷渕 栄仁

【特許出願人】  
【識別番号】 000006633  
【住所又は居所】 京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町 6番地  
【氏名又は名称】 京セラ株式会社  
【代表者】 西口 泰夫

【手数料の表示】  
【予納台帳番号】 005337  
【納付金額】 16,000円

【提出物件の目録】  
【物件名】 特許請求の範囲 1  
【物件名】 明細書 1  
【物件名】 図面 1  
【物件名】 要約書 1

## 【書類名】特許請求の範囲

## 【請求項1】

基体と、

前記基体表面に形成され、単層もしくは複層から成る下部層と、

前記下部層表面に形成され、単層もしくは複層から成る上部層と、を具備して、

前記上部層が前記下部層の表面から剥離し始める剥離荷重を  $F_U$  、前記下部層が前記基体の表面から剥離し始める剥離荷重を  $F_L$  としたとき、その比 ( $F_L / F_U$ ) が1. 1～3. 0である表面被覆部材。

## 【請求項2】

前記上部層が前記下部層の表面から剥離し始める剥離荷重 ( $F_U$ ) が10～75Nであり、且つ前記下部層が前記基体の表面から剥離し始める剥離荷重 ( $F_L$ ) が80N以上である請求項1記載の表面被覆部材。

## 【請求項3】

前記上部層の下面の凹凸形状から算術平均粗さ ( $R_a$ ) の算出方法に準じて求められる表面粗さ  $R$  が0. 5～3. 0  $\mu m$  である請求項1又は2記載の表面被覆部材。

## 【請求項4】

前記上部層の被覆層の膜厚 ( $t_U$ ) が2. 0～10. 0  $\mu m$  で、前記下部層の被覆層の膜厚 ( $t_L$ ) が3. 0～15. 0  $\mu m$  である請求項1乃至3のいずれか記載の表面被覆部材。

## 【請求項5】

前記上部層が少なくとも1層の  $Al_2O_3$  層を具備し、且つ前記下部層が少なくとも1層の  $TiCN$  層を具備する請求項1乃至4のいずれかに記載の表面被覆部材。

## 【請求項6】

前記  $TiCN$  層が、断面視で、前記基体との表面に対して垂直な方向に成長した筋状  $TiCN$  結晶からなるとともに、該筋状  $TiCN$  結晶の  $Al_2O_3$  層側の平均結晶幅が前記基体側の平均結晶幅より大きい請求項5記載の表面被覆部材。

## 【請求項7】

前記基体側の平均結晶幅  $w_1$  が0. 05～0. 7  $\mu m$  で、かつ、該基体側の平均結晶幅  $w_1$  と前記筋状  $TiCN$  結晶の  $Al_2O_3$  層側の平均結晶幅  $w_2$  との比 ( $w_1 / w_2$ ) が0. 7以下である請求項6記載の表面被覆部材。

## 【請求項8】

前記  $TiCN$  層は少なくとも前記  $Al_2O_3$  層側に形成された上層と前記基体側に形成された下層とからなり、且つ上層の平均結晶幅が下層の平均結晶幅より大きい請求項6又は7記載の表面被覆部材。

## 【請求項9】

前記  $TiCN$  層の下層の膜厚 ( $t_1$ ) が1. 0～10. 0  $\mu m$  、前記  $TiCN$  層の上層の膜厚 ( $t_2$ ) が1. 0～5. 0  $\mu m$  であり、且つ  $1 < t_1 / t_2 \leq 5$  の関係を満たす請求項8記載の表面被覆部材。

## 【請求項10】

前記  $TiCN$  層の下層を表面方向から見たとき、該  $TiCN$  層の下層が針状をなす  $TiCN$  粒子の集合体からなるとともに、該針状の  $TiCN$  粒子が前記  $TiCN$  層の下層の表面方向に対してランダムな方向にそれぞれ伸びている請求項8又は9記載の表面被覆部材。

## 【請求項11】

前記針状をなす  $TiCN$  粒子を表面方向から観察した場合の平均アスペクト比が2以上である請求項10記載の表面被覆部材。

## 【請求項12】

前記針状をなす  $TiCN$  粒子を表面方向から観察した場合の平均長軸長さが1  $\mu m$  以下である請求項10又は11記載の表面被覆部材。

## 【請求項13】

前記上部層のうちの表面に形成された表面層、前記下部層の上面に当たる前記上部層のう

ちの最下面に形成された中間層、又は前記下部層のうちの前記基体の表面に形成された下地層のいずれかの被覆層として、TiN層、TiC層、TiCNO層、TiCO層、TiNO層の群から選ばれる被覆層を形成した請求項5乃至12のいずれかに記載の表面被覆部材。

**【請求項14】**

前記TiCN層とAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の少なくとも一方が2層以上からなり、該2層以上の前記TiCN層および/またはAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の各層間に、TiN層、TiC層、TiCNO層、TiCO層、TiNO層の群から選ばれる被覆層を形成した請求項5乃至13のいずれかに記載の表面被覆部材。

**【請求項15】**

前記Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層が $\alpha$ 型結晶構造を有する請求項5乃至14のいずれか記載の表面被覆部材。

**【請求項16】**

基体の表面に請求項1乃至15のいずれか記載の表面被覆部材の被覆層を有してなり、すくい面と逃げ面との交差稜線部に形成された切刃を被切削物に当てて切削加工する切削工具。

**【請求項17】**

基体と、

前記基体表面に形成されたTiCN層と、

前記TiCN層の表面側に形成されたAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層と、を具備して、

前記Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層が前記TiCN層の表面から剥離し始める剥離荷重をF<sub>U</sub>、前記下部層が前記基体の表面から剥離し始める剥離荷重をF<sub>L</sub>としたとき、前記Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層が剥離し始める剥離荷重：F<sub>U</sub>が10～75N、前記TiCN層が剥離し始める剥離荷重：F<sub>L</sub>が80N以上で、かつその比(F<sub>L</sub>／F<sub>U</sub>)が1.1～3.0である切削工具。

【書類名】明細書

【発明の名称】表面被覆部材および切削工具

【技術分野】

【0001】

本発明は、優れた耐欠損性を有し、さらには優れた耐摩耗性をも有しうる被覆層を表面に被着形成した表面被覆部材に関し、特に大きな衝撃が切刃にかかるような切削に際しても、優れた耐欠損性を有して優れた切削特性を有する切削工具に関する。

【背景技術】

【0002】

従来より、基体の表面に被覆層を被着形成した表面被覆部材が各種用途に用いられている。例えば、金属の切削加工に広く用いられている切削工具は、超硬合金やサーメット、セラミックス等の硬質基体の表面に、TiC層、TiN層、TiCN層、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層およびTiAlN層等の被覆層を単層または複数層形成した工具が多用されている。

【0003】

一方、最近の切削加工の高能率化に従ってさらなる耐欠損性・耐摩耗性の向上が求められている。特に、金属の重断続切削等の大きな衝撃が切刃にかかるような切削が増えており、かかる過酷な切削条件においては従来の工具では被覆層が大きな衝撃に耐えきれず、チッピングや被覆層の剥離が発生しやすく、これが引き金となって切刃の欠損や異常摩耗の発生等の突発的な工具損傷により工具寿命を長くできないという問題があった。

【0004】

そこで、上記被覆層の特性改善のために、特許文献1には、縦長成長結晶を有するTiCN層間を粒状の窒化チタン層で分割することにより、層間剥離を抑制して工具の耐欠損性を高めることができる事が開示されている。

【0005】

また、特許文献2には、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>基セラミック基体の表面にCVD法にてAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層を成膜し、スクラッチ試験において5.9Nの荷重で剥離が生じた（密着力600g）ことが記載されている。さらに、特許文献3には、工具鋼からなる基体の表面にイオンプレーティング法にて（Cr-Si-B）Nからなる被覆層を成膜し、被覆層のスクラッチ強度が100Nと高く、摺動部品、切削工具、金型等へ好適に応用可能である事が開示されている。

【特許文献1】特開平6-156842号公報

【特許文献2】特開平5-169302号公報

【特許文献3】特開2002-212707号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

しかしながら、上記特許文献1に記載された被覆層の構成によつても、耐欠損性はまだ満足できるものではなく、特に重断続切削等の突発的に大きな衝撃がかかるような切削等最近の過酷な切削条件においては依然として切刃のチッピングによる異常摩耗や突発欠損等が発生し工具寿命が短くなっていた。さらに、この被覆層のチッピングや剥離を防止する目的で被覆層の膜厚を薄くすると早期に被覆層が消滅して摩耗の進行が早くなり、やはり工具寿命の長寿命化ができなかつた。さらに、鋼等の切削においても更なる耐欠損性および耐摩耗性の向上が求められていた。

【0007】

また、特許文献2の被覆層の付着力では基体との密着性が不十分であり、衝撃がかかるような切削条件で使用すると、被覆層が早期に剥離して摩耗が急激に進行するものであつた。さらに、特許文献3のような付着力の高い単層の被覆層を各種用途に応用すると、現実に使用する場合には突発的に大きな衝撃がかかるて欠損したり、または、被覆層表面の酸化の問題や、部材が接触する被接触物の材質との相性等を加味する必要があるためにそのまま応用できず、他の被覆層を上の層としてさらに形成する必要が生じ、この他の被覆

層と付着力の高い下の被覆層の界面で剥離する等の問題は依然として解消されないものであった。

#### 【0008】

従って、本発明は、上記課題を解決するためになされたもので、その第1の目的は、韌性に優れて、耐欠損性が高く、特に鋼等の金属の切削、中でも鋳鉄の断続切削等の工具切刃に強い衝撃がかかるような過酷な切削条件においても、優れた耐欠損性を有する長寿命の切削工具等に応用可能な表面被覆部材を提供することにある。

#### 【0009】

さらに、上記優れた耐欠損性を維持しつつ、耐摩耗性を高めることが第2の目的である。

#### 【課題を解決するための手段】

#### 【0010】

本発明者は、上記課題に対し、基体表面に少なくとも2層の被覆層を具備する表面被覆部材において、韌性を高める方法、特に切削工具の耐欠損性、耐チッピング性を高める方法について検討した。

#### 【0011】

その結果、被覆層の構成を少なくとも2層の多層とし、被覆層間および被覆層と基体間の付着力を適正化することによって、実用上必要な硬度を損なうことなく韌性、および耐欠損性を向上した表面被覆部材となることを知見した。

#### 【0012】

したがって、例えば、切削工具の用途においては、断続切削のように耐欠損性が求められる加工において例え突発的に大きな衝撃が被覆層にかかったときでも、被覆層間がわずかに剥離したりクラックを発生させたりすることによって衝撃を吸収して硬質被覆層間が広範囲にわたって剥離したり、被覆層全体がチッピングしたり剥離したりすることを低減できる。

#### 【0013】

さらに、被覆層間が剥離した後に残存した下部層も微細な平均結晶幅の高い耐摩耗性を有する部分があるとともに基体との密着力が高いことから、被覆層全体として摩耗の進行を抑制することができて耐摩耗性が高いものである。

#### 【0014】

また、剥離荷重 $F_U$ 、 $F_L$ そのものの値を最適化することによって、連続切削のように耐摩耗性が要求される加工においても被覆層が剥離することなく高い耐摩耗性を発揮することも可能である。

#### 【0015】

ゆえに、鋼の切削はもちろんのこと、特にねずみ鋳鉄（FC材）やダクタイル鋳鉄（CD材）のような高硬度黒鉛粒子が分散した鋳鉄等の金属の重断続切削等のような工具切刃に強い衝撃がかかる過酷な切削条件や、連続切削条件、さらにはこれら断続切削と連続切削とを組み合わせた複合切削条件での切削においても、優れた耐欠損性、さらには優れた耐摩耗性を有する切削工具が得られる。

#### 【0016】

すなわち、本発明の表面被覆部材は、基体と、前記基体表面に形成され、単層もしくは複層から成る下部層と、前記下部層表面に形成され、単層もしくは複層から成る上部層と、を具備して、前記上部層が前記下部層の表面から剥離し始める剥離荷重を $F_U$ 、前記下部層が前記基体の表面から剥離し始める剥離荷重を $F_L$ としたとき、その比（ $F_L/F_U$ ）が1.1～3.0であることを特徴とする。

#### 【0017】

ここで、前記上部層の被覆層の剥離荷重 $F_U$ が10～75N、前記下部層の被覆層の剥離荷重 $F_L$ が80N以上であることが、部材の耐摩耗性を向上できる点で望ましい。

#### 【0018】

また、前記上部層の下面の凹凸形状から算術平均粗さ（Ra）の算出方法に準じて求め

られる表面粗さRが0.5～3.0μmであることが、前記上部層の被覆層の下側が引抜かれる力を制御して前記被覆層の付着力を容易に制御できる点で望ましい。

#### 【0019】

さらに、前記上部層の膜厚( $t_U$ )が2.0～10.0μmであり、且つ前記下部層の膜厚( $t_L$ )が3.0～12.0μmであることが、前記各被覆層の剥離荷重を制御することができて耐欠損性を高めることができる点で望ましい。また、上記膜厚に制御することによって耐摩耗性が高くなるという効果もある。

#### 【0020】

なお、前記上部層が少なくとも1層のAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層を具備し、且つ前記下部層が少なくとも1層のTiCN層を具備する組み合わせが、実用性の高い部材の耐摩耗性と耐欠損性を有するものであることから望ましい。

#### 【0021】

また、前記TiCN層が、断面で見て、前記基体との表面に対して垂直な方向に成長した筋状TiCN結晶からなるとともに、該筋状TiCN結晶のAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層側の平均結晶幅が前記基体側の平均結晶幅より大きいことが望ましい。特に、前記基体側の平均結晶幅( $w_1$ )が0.05～0.7μmで、かつ、該基体側の平均結晶幅( $w_1$ )と前記筋状TiCN結晶のAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層側の平均結晶幅( $w_2$ )との比( $w_1/w_2$ )が0.7以下であることが、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層とTiCN層との付着力、および基体とTiCN層との付着力をともに制御することができ、部材の耐欠損性を高めることができる点で望ましい。

#### 【0022】

さらに、前記TiCN層は少なくとも前記Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層側に形成された上層と前記基体側に形成された下層とからなり、且つ上層の平均結晶幅が下層の平均結晶幅より大きいことが、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層側に発生したクラックの進展を有効に止めることができて耐欠損性がさらに高まる点で望ましい。

#### 【0023】

なお、この場合、部材の耐摩耗性と耐欠損性との最適化の点で、前記TiCN層の下層の膜厚( $t_1$ )が1.0～10.0μm、前記TiCN層の上層の膜厚( $t_2$ )が1.0～5.0μmであり、且つ $1 < t_1/t_2 \leq 5$ の関係を満たすことが望ましい。

#### 【0024】

また、前記TiCN層の下層を表面方向から見たとき、該TiCN層の下層が針状をなすTiCN粒子の集合体からなるとともに、該針状のTiCN粒子が前記TiCN層の下層の表面方向に対してランダムな方向にそれぞれ伸びていることが、クラックの偏向効果が高く、クラックが深さ方向に進展することを防止できて耐欠損性が向上する点で望ましい。

#### 【0025】

ここで、前記針状をなすTiCN粒子は表面方向から観察した場合の平均アスペクト比が2以上であることが、被覆層中に発生したクラックを偏向させてクラックの進展を抑制する効果が高く、被覆層の破壊靭性を向上させ、耐欠損性、耐チッピング性を向上することができるため望ましい。

#### 【0026】

また、前記針状をなすTiCN粒子は表面方向から観察した場合の前記TiCN粒子の平均長軸長さが1μm以下であることが、TiCN層自体の強度を高めてTiCN層の耐摩耗性を向上できる点で望ましい。

#### 【0027】

さらに、前記上部層のうちの表面に形成された表面層、前記下部層の上面に当たる前記上部層のうちの最下面に形成された中間層、又は前記下部層のうちの前記基体の表面に形成された下地層のいずれかの被覆層として、TiN層、TiC層、TiCNO層、TiCO層、TiNO層の群から選ばれる被覆層（以下、他のTi系被覆層と称す。）を形成することが望ましい。

#### 【0028】

ここで、前記TiCN層の下層に下地層として上記他のTi系被覆層を形成することによって、基体成分の拡散を抑制する効果およびTiCN層の結晶構造を容易に制御できる効果がある。また、TiCN層とAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層との層間に中間層として上記他のTi系被覆層を形成することによって、TiCN層とAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層との層間の付着力の調整が容易となる。さらに、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の結晶構造を最適化できて、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の剥離荷重を容易に制御することができる。さらに、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の表面に表層として上記他のTi系被覆層を形成することによって、被覆層表面の摺動性、外観等の調整が可能となる。

#### 【0029】

またさらには、前記TiCN層とAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の少なくとも一方が2層以上からなり、該2層以上の前記TiCN層および／またはAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の各層間に、TiN層、TiC層、TiCNO層、TiCO層、TiNO層の群から選ばれる被覆層（以下、他のTi系層間被覆層と称す。）を形成したものであってもよい。これによって、さらに部材の韌性を高める効果がある。

#### 【0030】

なお、前記Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層は $\alpha$ 型結晶構造からなることが、構造的に安定で高温になっても優れた耐摩耗性を維持できる点で望ましい。

#### 【0031】

さらに、上記構成からなる表面被覆部材は、摺動部品や金型等の耐摩部品、切削工具、掘削工具、刃物等の工具、耐衝撃部品等の各種用途へ応用可能である。すくい面と逃げ面との交差稜線部に形成された切刃を被切削物に当てて切削加工する切削工具として用いた場合には上述した優れた効果を発揮することができ、他の用途に用いた場合であっても優れた機械的信頼性を有するものである。

#### 【0032】

また、本発明の他の切削工具は、基体と、前記基体表面に形成されたTiCN層と、前記TiCN層の表面側に形成されたAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層と、を具備して、前記Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層が前記TiCN層の表面から剥離し始める剥離荷重をF<sub>U</sub>、前記下部層が前記基体の表面から剥離し始める剥離荷重をF<sub>L</sub>としたとき、前記Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層が剥離し始める剥離荷重：F<sub>U</sub>が10～75N、前記TiCN層が剥離し始める剥離荷重：F<sub>L</sub>が80N以上で、かつその比（F<sub>L</sub>／F<sub>U</sub>）が1.1～3.0であることを特徴とするものである。

#### 【発明の効果】

#### 【0033】

本発明の表面被覆部材は、被覆層の構成を少なくとも2層の多層とし、層間および被覆層と基体間の付着力を適正化することによって、硬度を実用的な範囲に維持しつつ韌性を高めて、実用的な耐摩耗性を備えるとともに耐欠損性を高めた表面被覆部材となる。

#### 【0034】

したがって、例えば、切削工具の用途の場合、耐欠損性が求められる加工においても層間のわずかな剥離やクラックの発生によって衝撃を吸収して、大きな剥離や被覆層全体のチッピングを防止できる。さらに、例え層間が剥離しても、残存する下部層の基体との密着力が高いことから摩耗や欠損の抑制に貢献して、被覆層全体として耐摩耗性および耐欠損性が高いものである。また、上部層と下部層の剥離荷重をさらに最適化することによって、耐摩耗性が要求される加工において被覆層が剥離することなく高い耐摩耗性を有するものとなる。

#### 【発明を実施するための最良の形態】

#### 【0035】

本発明の表面被覆部材の好適例である表面被覆切削工具の一例について、被覆層の破断面の走査型電子顕微鏡（SEM）写真である図1、および被覆層中におけるTiCN層を特定厚み成膜した表面について表面から観察した走査型電子顕微鏡（SEM）写真である図2を基に説明する。

#### 【0036】

図1によれば、表面被覆切削工具（以下、単に工具と略す。）1は、基体2（図1では

超硬合金) の表面に少なくとも 2 層の被覆層 3 を被着形成したものである。

【0037】

なお、基体 2 としては、(1) コバルト (Co) および/またはニッケル (Ni) の鉄属金属から成る結合相にて硬質相を結合させた超硬合金やサーメット、ここで、硬質相としては、炭化タンゲステン (WC) 、炭化チタン (TiC) または炭窒化チタン (TiCN) と、所望により周期律表第 4 a 、 5 a 、 6 a 族金属の炭化物、窒化物、炭窒化物の群から選ばれる少なくとも 1 種からなる。

【0038】

または、基体 2 として、(2) 窒化珪素 (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) や酸化アルミニウム (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 質セラミック焼結体、さらには(3) 立方晶窒化ホウ素 (cBN) 、ダイヤモンドを主体とした超硬質焼結体等の硬質材料、さらにまたは(4) 炭素鋼、高速度鋼、合金鋼等の金属からなる。

【0039】

工具 1 によれば、被覆層 3 は基体側に形成された少なくとも 1 層の下部層 5 と、下部層 5 の表面側に形成された少なくとも 1 層の上部層 4 とからなり、上部層 4 の下面が下部層 5 の上面から剥離し始める剥離荷重を  $F_U$  、下部層 5 の下面が基体 2 の表面から剥離し始める剥離荷重を  $F_L$  としたとき、その比 ( $F_L / F_U$ ) が 1.1 ~ 3.0 であることを特徴とする。

【0040】

これによって、耐欠損性が要求される加工において上部層 4 の実用的に問題ない耐摩耗性は確保しつつ上部層 4 のわずかな剥離やクラックの発生によって衝撃を吸収して、大きな剥離や被覆層 3 全体のチッピングを防止できる。さらに、例え上部層 4 が剥離しても、残存する下部層 5 の基体との密着力が高いことから摩耗や欠損の抑制に貢献して、被覆層 3 全体として耐欠損性が高いものである。

【0041】

なお、被覆層 3 の剥離荷重は、例えは、被覆層 3 のスクラッチ試験による付着力測定によって測定することができる。具体的には、上記スクラッチ試験は表面被覆部材 1 の被覆層 3 表面をダイヤモンド圧子にて下記条件で引っ搔くことによって測定される。

【0042】

〈圧子〉

円錐形ダイヤモンド圧子 (ダイヤモンド接触子)

曲率半径: 0.2 mm

稜線角度: 120°

〈試験条件〉

テーブルスピード: 0.17 mm/sec

荷重スピード: 100 N/min (連続荷重)

(ただし、初期荷重は剥離荷重に応じて調整)

引搔き距離: 5 mm

評価: 上記引っ搔き痕を顕微鏡によって観察する。その際、(1) 上部層がその下に存在する下部層の表面から剥がれる、すなわち上部層が剥離し始めて下部層が露出し始めた位置、(2) ダイヤモンド圧子の荷重が上部層自体の強度を上回って上部層が割れてその下に存在する下部層が露出する、すなわち上部層が破壊し始めて下部層が露出し始めた位置のいずれかを特定する。つまり、引っ搔き痕のうち上部層が露出した領域と、上部層とは異なる下部層が露出した領域との境界位置を特定し、この位置での荷重を算出することによって、上部層が下部層の表面から剥離し始める剥離荷重 ( $F_U$ ) を求めることができる。

【0043】

なお、組織観察のみでは特定が困難な場合には表面に露出した元素成分を X 線分光分析 (EPMA) または X 線光電子分光分析 (XPS) 等にて確認することにより剥離し始める荷重の特定が可能となる。

## 【0044】

また、上記スクラッチ試験は表面被覆部材の平坦面にて測定されることがより正確な測定が可能な点で望ましい。したがって、例えば略平板形状のスローアウェイチップ等のように、主面がすくい面をなし側面が逃げ面をなすような切削工具においては、ブレーカや絵柄等を形成しない逃げ面にて剥離荷重を測定する。また、逃げ面での測定が困難な形状である場合には測定可能な部位にて測定した値で代用するものとする。特に、代用する部分は基体表面が研磨されない焼き肌状態で被覆層が被着された部分であることが望ましいが、基体表面が研磨加工された面であってもよい。

## 【0045】

なお、本発明によれば、多層の被覆層の中で、下部層5とは基体2から剥離し始める被覆層を指し、基本的には1層目の被覆層を指す場合が多いが、例えば基体2の直上に存在する1層目の被覆層がその次に被着される2層目の被覆層と同時に剥離する場合には1層目の被覆層と2層目の被覆層が下部層5となる。3層以上が基体2から同時に剥離する場合にも同様に同時に基体2から剥離する複数層が下部層5となり、下部層5の剥離荷重が $F_L$ となる。

## 【0046】

また、上部層4についても、下部層5の直上、すなわち上部層4の最下層に位置する上-1層目の剥離荷重が基本的に上部層4の剥離荷重 $F_U$ となるが、この場合にも上-1層目の被覆層が上-2層目の被覆層と同時に剥離してしまうような場合には上-2層目の被覆層の剥離荷重が上部層4の剥離荷重 $F_U$ となる。上-3層目以上が上-1層目と同時に剥離する場合にも、同様に上-1層目と同時に剥離する複数層のうちの最上層の剥離荷重が上部層4の剥離荷重 $F_U$ となる。さらに、上部層の構成において、上-1層目の被覆層が剥離する前に低い荷重で上-2層目以上の被覆層が剥離して上-1層目が露出する場合もあるが、本発明においては、このような場合の上-2層目以上の被覆層の剥離荷重は上部層の剥離荷重 $F_U$ ではない。

## 【0047】

なお、図1の構成によれば、上部層4はA12O3層を具備しており、かつ下部層5はTiCN層を具備する構成からなり、すなわち、工具1の耐摩耗性と耐欠損性が共に実用的な材質を有する構成となっている。

## 【0048】

ここで、耐摩耗性が要求される加工において被覆層3が剥離することなく高い耐摩耗性を有する構成とするためには、上記比( $F_L/F_U$ )が1.2~1.0であることが特に望ましい。さらに、切削工具として実用的な耐摩耗性を確保しつつ耐欠損性を向上させるためには、上記比( $F_L/F_U$ )が1.5~5であることがさらに望ましい。

## 【0049】

この上部層4の剥離荷重 $F_U$ と下部層5の基体2からの剥離荷重 $F_L$ の比率を上記所定の範囲内に制御することによって被覆層3の耐欠損性、より好ましくは耐摩耗性の最適化、さらに好ましくは切削工具としての実用的な耐摩耗性を確保しつつ切削工具の耐欠損性を向上させることができるものである。

## 【0050】

また、本発明によれば、A12O3層4の剥離荷重 $F_U$ が10~75Nで、かつTiCN層5の剥離荷重 $F_L$ が80N以上であることが、部材の耐欠損性を向上できる点で望ましい。

## 【0051】

さらに、特にA12O3層4の剥離荷重 $F_U$ が20~60Nで、かつTiCN層5の剥離荷重 $F_L$ が100N以上であることが、部材の耐摩耗性をも高めることができる点でより望ましい。

## 【0052】

さらには、A12O3層4の剥離荷重 $F_U$ が30~45Nで、かつTiCN層5の剥離荷重 $F_L$ が110N以上であることが、切削工具として実用的な耐摩耗性を確保しつつ耐

欠損性を向上できる点でさらに望ましい。

【0053】

ここで、被覆層3の組織観察において、前記被覆層間が剥離または破壊し始める上部層4の下面における凹凸形状から算術平均粗さ（Ra）の算出方法に準じて求められる表面粗さRが0.5～3μmであることが、被覆層3の付着力を確実に制御できる点で望ましい。

【0054】

なお、本発明における表面粗さRとは、前記上部層4の下面における凹凸形状をトレースし、このトレースを表面形状とみなして、JIS B 0601-2001（ISO 287-1997）に規定される算術平均粗さ（Ra）の算出方法に準じて求められる値と定義する。

【0055】

さらに、上部層4の膜厚tuが2.0～10.0μmで、下部層5の膜厚tlが3.0～12.0μmであることが、上部層4および下部層5の剥離荷重を制御することができて、耐欠損性を高めることができる点で望ましい。また、上記膜厚に制御することによって工具1の耐摩耗性が向上するという効果もある。

【0056】

また、図1の構成においては、TiCN層5は断面視して基体2の表面に対して垂直な方向に成長した筋状TiCN結晶からなり、かつ該筋状TiCN結晶のAl2O3層4側の平均結晶幅が基体2側の平均結晶幅より大きいことが剥離荷重を制御できる点で望ましい。

【0057】

特に、基体2側の平均結晶幅w1が0.05～0.7μmで、かつ、基体2側の平均結晶幅w1と前記筋状TiCN結晶のAl2O3層4側の平均結晶幅w2との比（w1/w2）が0.7以下であることが、Al2O3層4とTiCN層5との付着力、および基体2とTiCN層5との付着力をともに調整することができ、剥離荷重を制御してチッピングを防ぐことができる点で望ましい。

【0058】

上記平均結晶幅の具体的な測定方法は、TiCN層5の基体2との界面から界面に垂直な方向に向かって1μmの位置（核生成によって結晶幅wが小さい領域を越えた高さh1および線B）の位置におけるTiCN層5の平均結晶幅をw1、TiCN層5のAl2O3層4との界面から基体2へ垂直に向かって0.5μmの位置（h2および線A）における平均結晶幅をw2として測定する。

【0059】

さらに、TiCN層5を多層構造とした際のTiCN層5の総膜厚（図1ではTiCN下層6とTiCN上層7）は5～15μmであることが膜剥離を抑えて耐摩耗性を維持するという点で望ましい。また、Al2O3層4の膜厚は2～8μmであることが耐摩耗性、特に鋳鉄に対する耐摩耗性および耐溶着性を維持しつつ、耐欠損性を高めることができることで望ましい。

【0060】

また、TiCN層5が、平均結晶幅が小さく基体2側に位置するTiCN下層6と、平均結晶幅が大きく前記Al2O3層4側に位置するTiCN上層7の2層以上の多層からなることが、Al2O3層4側に発生したクラックの進展を効果的に止めることができて耐欠損性がさらに高まる点で望ましい。

【0061】

なお、この場合、工具1の耐摩耗性と耐欠損性との最適化の点で、TiCN下層6の膜厚t1が1～10μm、TiCN上層7の膜厚t2が1～5μmで、かつ、 $1 < t_1 / t_2 \leq 5$ の関係を満たすことが望ましい。

【0062】

また、TiCN層5を表面方向から観察した場合に、TiCN層5中のTiCN粒子8

の少なくとも一部、特にTiCN下層6中のTiCN粒子が、基体2表面に対して垂直な方向に伸びて断面方向から観察した場合に筋状組織を呈することが部材の耐欠損性を向上する点で望ましい。

#### 【0063】

さらに、TiCN下層6を表面方向から見たとき、TiCN下層6が針状をなすTiCN粒子（以下、微細TiCN粒子8aと記す。）の集合体からなるとともに、該微細TiCN粒子8aがTiCN下層6の表面方向に対してランダムな方向にそれぞれ伸びていることが、クラックの偏向効果が高く、クラックがTiCN層5の深さ方向に進展することを防止できてTiCN層5内にチッピングや層剥離が発生することなく、耐欠損性が向上する点で望ましい。

#### 【0064】

ここで、TiCN層5の微細TiCN粒子8aが垂直方向に成長するとともに、微細TiCN粒子8aを断面方向から観察した場合の平均アスペクト比が3以上、好ましくは5以上の筋状結晶であることが衝撃吸収力を高める点で望ましく、特に8以上、さらには10以上であることがTiCN層5自身の硬度を高めて耐摩耗性を向上できる点で望ましい。

#### 【0065】

また、TiCN層5を表面方向から観察した場合の微細TiCN粒子8aの平均アスペクト比が2以上であることがクラックの進展を抑制して耐欠損性を高める点で望ましく、特にクラックの偏向を促す効果が高くより効果的に耐欠損性を高める点で、平均アスペクト比が3以上であることがより望ましく、さらに平均アスペクト比が5以上であることがさらに望ましい。

#### 【0066】

なお、断面方向および表面方向の観察を加味すると、微細TiCN層5a中の微細TiCN粒子8aは板状結晶になっているものと推定される。また、粒子（上記微細TiCN粒子8a）のアスペクト比は、各粒子について、粒子の長軸と直交する短軸の長さ／粒子の長軸の長さの比が最大値となる値を算定し、一視野内に存在する各TiCN粒子についてそのアスペクト比の平均値によって見積もることができる。また、被覆層3の断面組織観察にて、粒状TiCN結晶が30面積%以下の割合で混合した混晶であってもよい。

#### 【0067】

ここで、TiCN粒子8の表面方向における組織観察および平均アスペクト比を測定する際、最表面が上記板状のTiCN粒子からなるTiCN層（以下、微細TiCN層と略す。）である場合には図2（a）に示すようにその表面をSEMによって観察することができる。一方、上記微細TiCN層5aの表面に別の層が存在する場合には、透過型電子顕微鏡（TEM）を用いて、被覆層3の所定位置のみが残存するように研磨加工した後、例えば5000～200000倍の倍率によって上記加工部を観察する方法が有効である。この方法によって、例え被覆層3として上記微細TiCN層5aの上面に他の硬質層が成膜された多層被覆層であっても確実に表面方向からの微細TiCN粒子8aの組織状態を確認できる。

#### 【0068】

また、断面方向における組織観察および平均アスペクト比を測定する際には、基体2の表面に垂直な方向に工具1を破断または研削し、その破断面または研削面を走査型電子顕微鏡（SEM）にて例えば3000～50000倍で観察することで測定することができる。

#### 【0069】

また、図2は微細TiCN層を成膜した状態での表面を観察したSEM写真であるが、微細TiCN層5aの微細TiCN粒子8aを表面方向から観察した際、図2（a）に示すように、微細TiCN粒子8aの平均長径長さを1μm以下とすることが、微細TiCN層5a中に発生したクラックの偏向効果が高く、かつ被覆層3自体の強度を向上させて耐欠損性を向上することができるため望ましい。

## 【0070】

さらに、TiCN上層7は、微細TiCN層5aの構成とは異なり、例えば、図2(b)に示すようにTiCN粒子8bの平均長さが1μm以上からなることがAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層4との密着力、上部層の剥離荷重F<sub>U</sub>を制御するために望ましい。この場合、TiCN粒子8bのアスペクト比は2以下であってもよいが、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層4との密着力を向上するために望ましくは2~5である。

## 【0071】

なお、前記Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層は $\alpha$ 型結晶構造からなることが、構造的に安定で高温になっても優れた耐摩耗性を維持できる点で望ましい。従来では $\alpha$ 型結晶構造をもつ酸化アルミニウムは優れた耐摩耗性を持つが、核生成を行う際の粒径が大きいため、TiCN層5との接触面積が小さくなり、付着力が弱くなってしまい、膜剥離を起こしやすいという問題があった。しかし、上述した組織調整によってAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層4とTiCN層5との付着力を所定の範囲内に制御することができるため、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層4を $\alpha$ 型結晶構造としても十分な付着力を得ることができる。よって、 $\alpha$ 型結晶構造のAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の持つ、優れた耐摩耗性をAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層4の付着力を低下させることなく得ることができるため、工具寿命のより長い工具1を得ることができる。なお、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>結晶の一部を $\alpha$ 型結晶構造以外の $\kappa$ 型結晶構造として、すなわちAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層4の結晶構造を $\alpha$ 型結晶構造と $\kappa$ 型結晶構造との混晶としてAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層4の付着力を調整することも可能である。

## 【0072】

さらに、TiCN層5およびAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層4の下層、層間または上層に、TiN層、TiC層、TiCNO層、TiCO層、TiNO層の群から選ばれる少なくとも1層（他のTi系被覆層）を形成することが望ましい。ここで、前記TiCN層の下層に上記他のTi系被覆層を形成することによって、基体成分の拡散を抑制する効果およびTiCN層の結晶構造を容易に制御できる効果がある。また、TiCN層とAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層との層間に上記他のTi系被覆層を形成することによって、TiCN層とAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層との層間の付着力の調整が容易となる。さらに、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の結晶構造を最適化でき、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の剥離荷重を容易に制御することができる。さらに、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層の表面に上記他のTi系被覆層を形成することによって、被覆層表面の摺動性、外観等の調整が可能となる。

## 【0073】

具体的には、図1によれば、基体2とTiCN層5との間には、TiCN層5の付着力向上および基体成分の拡散による耐摩耗性の低下を防ぐため、層厚0.1~2μmの範囲でTiNからなる下地層10が成膜されている。なお、この下地層10は薄く、かつTiCN層5との密着力が高いためにTiCN層5と同時に剥離する。また、基体2またはTiCN層5から炭素が拡散して下地層であるTiN層がTiCN層5に吸収されて消失することもある。したがって、図1の構成における工具1のTiCN層5のスクラッチ強度測定においては、TiCN層5と下地層10とが同時に剥離し始める場合が多く、このような場合にはTiCN層5の剥離し始めた時点で基体2が露出する形態となる。

## 【0074】

また、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層4を $\alpha$ 型結晶構造とする場合には、TiCN層5とAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層4との間に1μm以下のTiCO層、TiNO層またはTiCNO層のいずれかの中間層11を形成することが安定して $\alpha$ 型結晶構造を成長させることができる点で望ましく、特に膜厚を0.5μm以下とすることによってAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層4（上部層の被覆層）の付着力を容易に制御することができる点で望ましい。

## 【0075】

さらに、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>膜4の上層、すなわち硬質被覆膜3の表面にTiNからなる表層12を形成することによって、工具が金色を呈するため、工具1を使用したときに表層12が摩耗して使用済みかどうかの判別がつきやすく、また、摩耗の進行を容易に確認できるため望ましい。さらには、表層12はTiN層に限定されるものではなく、摺動性を高めるために DLC（ダイヤモンドライクカーボン）層やCrN層を形成する場合もある。表層12をなすTiN層の膜厚は1μm以下であることが望ましく、かかる表層12の剥離

強度は  $Al_2O_3$  膜 4 の剥離強度よりも低くなることが使用の有無を目視で確認しやすくなる点で望ましい。

【0076】

なお、上記同様に、  $TiCN$  層と  $Al_2O_3$  層との間に中間層として上記他の  $Ti$  系被覆層を形成する場合、この中間層は  $Al_2O_3$  層と同時に剥離してしまう。さらに、  $Al_2O_3$  層の上面に表層として形成した  $TiN$  層は  $Al_2O_3$  層の剥離荷重よりも低い荷重で剥離してしまう。したがって、この場合、上部層 4 の剥離荷重  $F_U$  は  $Al_2O_3$  層の剥離荷重となる。

【0077】

また、前記  $TiCN$  層と  $Al_2O_3$  層の少なくとも一方が 2 層以上からなり、該 2 層以上の前記  $TiCN$  層および／または  $Al_2O_3$  層の各層間に、  $TiN$  層、  $TiC$  層、  $TiCNO$  層、  $TiCO$  層、  $TiNO$  層の群から選ばれる被覆層を形成した構成であってもよい。かかる構成によって部材の耐欠損性をさらに向上することも可能である。

【0078】

さらに、上記構成からなる表面被覆部材は、摺動部品や金型等の耐摩部品、切削工具、掘削工具、刃物等の工具、耐衝撃部品等の各種用途へ応用可能である。切削工具として用いた場合には上述した優れた効果を発揮することができ、他の用途に用いた場合であっても優れた機械的信頼性を有するものである。

【0079】

(製造方法)

また、本発明の表面皮覆部材の一例である上述した表面被覆切削工具を製造する方法について説明する。

【0080】

まず、上述した硬質合金を焼成によって形成しうる金属炭化物、窒化物、炭窒化物、酸化物等の無機物粉末に、金属粉末、カーボン粉末等を適宜添加、混合し、プレス成形、鋳込成形、押出成形、冷間静水圧プレス成形等の公知の成形方法によって所定の工具形状に成形した後、真空中または非酸化性雰囲気中にて焼成することによって上述した硬質合金からなる基体 2 を作製する。そして、上記基体 2 の表面に所望によって研磨加工や切刃部のホーニング加工を施す。

【0081】

なお、基体 2 の表面粗さは、被覆層の付着力を制御する点で、すくい面における算術平均粗さ ( $R_a$ ) が  $0.1 \sim 1.5 \mu m$ 、逃げ面における算術平均粗さ ( $R_a$ ) が  $0.5 \sim 3.0 \mu m$  となるように原料粉末の粒径、成形方法、焼成方法、加工方法を制御する。

【0082】

次に、その表面に例えれば化学気相蒸着 (CVD) 法によって被覆層 3 を成膜する。

【0083】

まず、反応ガス組成として塩化チタン ( $TiCl_4$ ) ガスを  $0.1 \sim 1.0$  体積%、窒素 ( $N_2$ ) ガスを  $0 \sim 60$  体積%、残りが水素 ( $H_2$ ) ガスからなる混合ガスを調整して反応チャンバ内に導入し、チャンバ内を  $800 \sim 1000^\circ C$ 、 $10 \sim 30 kPa$  の条件で下地層である  $TiN$  層を成膜する。

【0084】

次に、例えれば、反応ガス組成として、体積%で塩化チタン ( $TiCl_4$ ) ガスを  $0.1 \sim 1.0$  体積%、窒素 ( $N_2$ ) ガスを  $0 \sim 60$  体積%、メタン ( $CH_4$ ) ガスを  $0 \sim 0.1$  体積%、アセトニトリル ( $CH_3CN$ ) ガスを  $0.1 \sim 0.4$  体積%、残りが水素 ( $H_2$ ) ガスからなる混合ガスを調整して反応チャンバ内に導入し、成膜温度を  $780 \sim 880^\circ C$ 、 $5 \sim 25 kPa$  にて成膜する。

【0085】

ここで、上記成膜条件のうち、反応ガス中のアセトニトリルガスの割合が  $0.1 \sim 0.4$  体積%に調整することによって、微細  $TiCN$  層 5 a 中の  $TiCN$  粒子 8 a の組織を上述した範囲に確実に成長させることができる。また、上記成膜温度についても、 $780^\circ C$

～880℃とすることが、断面観察において筋状をなし、かつ表面観察において針状をなすTiCN粒子からなる微細TiCN層を形成するために望ましい。

#### 【0086】

なお、本実施形態例では、TiCN層の成膜前期（TiCN下層の成膜時）に使用する反応ガス中のCH<sub>3</sub>CNの割合よりもTiCN層の成膜後期（TiCN上層の成膜時）に使用する反応ガス中のアセトニトリル（CH<sub>3</sub>CN）ガスの混合割合を増やすことによって、TiCN下層よりもTiCN上層中のTiCN粒子の平均結晶幅を大きくする。具体的には、TiCN層の成膜前期に使用するアセトニトリルガスの導入割合に対してTiCN層の成膜後期時に導入するアセトニトリルガスの割合を1.5倍以上とすることにより確実な制御が可能である。

#### 【0087】

ここで、上記成膜条件のうち、筋状TiCN結晶の成長過程では、CH<sub>3</sub>CN（アセトニトリル）ガスの割合V<sub>A</sub>を0.1～3体積%に制御するとともに、キャリアガスであるH<sub>2</sub>ガスの割合V<sub>H</sub>とCH<sub>3</sub>CNガスの割合V<sub>A</sub>との比（V<sub>A</sub>／V<sub>H</sub>）が0.03以下となるように低濃度に制御することによって、微細な核生成ができるTiCN層の付着力を向上させることができる。

#### 【0088】

また、TiCN層の上層を成膜する際は、反応ガス中のCH<sub>3</sub>CNガス導入量を上述したように変えて、所望により成膜温度を調整することによって、TiCN結晶の平均結晶幅を所定の構成に制御することが可能である。

#### 【0089】

次に、所望により中間層を成膜する。例えば中間層11としてTiCNO層を成膜する場合には、塩化チタン（TiC<sub>14</sub>）ガスを0.1～3体積%、メタン（CH<sub>4</sub>）ガスを0.1～10体積%、二酸化炭素（CO<sub>2</sub>）ガスを0.01～5体積%、窒素（N<sub>2</sub>）ガスを0～60体積%、残りが水素（H<sub>2</sub>）ガスからなる混合ガスを調整して反応チャンバ内に導入し、チャンバ内を800～1100℃、5～30kPaとする。

#### 【0090】

そして、引き続き、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層4を成膜する。Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層4の成膜方法としては、塩化アルミニウム（AlC<sub>13</sub>）ガスを3～20体積%、塩化水素（HCl）ガスを0.5～3.5体積%、二酸化炭素（CO<sub>2</sub>）ガスを0.01～5.0体積%、硫化水素（H<sub>2</sub>S）ガスを0～0.01体積%、残りが水素（H<sub>2</sub>）ガスからなる混合ガスを用い、900～1100℃、5～10kPaとすることが望ましい。

#### 【0091】

また、表層（TiN層）12を成膜するには、反応ガス組成として塩化チタン（TiC<sub>14</sub>）ガスを0.1～10体積%、窒素（N<sub>2</sub>）ガスを0～60体積%、残りが水素（H<sub>2</sub>）ガスからなる混合ガスを調整して反応チャンバ内に導入し、チャンバ内を800～1100℃、50～85kPaとすればよい。

#### 【0092】

このとき、上述した方法に加えて、上記化学蒸着法にて被覆層3を成膜した後700℃までのチャンバの冷却速度を12～30℃／分に制御することによって、上部層4および下部層5の付着力を上述した所定の範囲に制御することができる。

#### 【0093】

そして、所望により、成膜した被覆層3表面の少なくとも切刃部を研磨加工する。この研磨加工により、被覆層3中に残存する残留応力が開放されてさらに耐欠損性に優れた工具となる。

#### 【0094】

なお、本発明は上記実施態様に限定されるものではなく、例えば、上部層4および/または下部層5が単層であってももちろんよい。また、上記説明においては成膜方法として化学蒸着（CVD）法を用いた場合について説明したが、被覆層の一部または全部を物理蒸着（PVD）法によって形成したものであってもよい。

## 【0095】

例えば、イオンプレーティング法にて、上部層4一下部層5の組み合わせが、TiAlN層-TiCN層とした構成、TiCrN層-TiAlN層とした構成、 DLC層-CrSiBN層とした構成等各種の組み合わせが可能であり、これら各層の付着力を上述した範囲に制御することによって、耐欠損性に優れ、さらに耐摩耗性に優れて、場合によっては、加えて摺動性、被削材や被摺動材との耐反応性、外観に優れた表面皮覆部材を作製することができる。

## 【実施例1】

## 【0096】

平均粒径1.5  $\mu$ mの炭化タンクステン(WC)粉末に対して、平均粒径1.2  $\mu$ mの金属コバルト(Co)粉末を6質量%、平均粒径2.0  $\mu$ mの炭化チタン(TiC)粉末を0.5質量%、TaC粉末を5質量%の割合で添加、混合して、プレス成形により切削工具形状(CNMA120412)に成形した後、脱バインダ処理を施し、0.01Paの真空中、1500°Cで1時間焼成して超硬合金を作製した。さらに、作製した超硬合金にブラシ加工にてすくい面より刃先処理(ホーニングR)を施した。得られた基体の逃げ面においてJIS B 0601-2001に準じた算術平均粗さ(Ra)は1.1  $\mu$ m、すくい面における算術平均粗さ(Ra)は0.4  $\mu$ mであった。

## 【0097】

次に、上記超硬合金に対して、CVD法により各種の被覆層を表2に示す構成の多層膜からなる被覆層を成膜した。なお、表2の各層の成膜条件は表1に示した。そして、被覆層の表面をすくい面側から30秒間ブラシ加工して試料No.1~9の表面被覆切削工具を作製した。

## 【0098】

得られた工具について、工具の逃げ面において下記条件でスクラッチ試験を行い、引っ搔き痕を観察して層間剥離状態および被覆層が基体から剥離し始める荷重を確認したところ、被覆層の層間剥離における上部層はAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層、被覆層が基体から剥離し始めるときの下部層はTiCN層と特定でき、各層の付着力を算出した。

## 【0099】

装置：ナノテック社製CSEM-REVETEST

測定条件

テーブルスピード：0.17 mm/sec

荷重スピード：100 N/min (連続荷重)

引っ搔き距離：5 mm

圧子

円錐形ダイヤモンド圧子(東京ダイヤモンド工具製作所社製ダイヤモンド接触子：N2-1487)

曲率半径：0.2 mm

稜線角度：120°

また、透過型電子顕微鏡(TEM)を用いて表2に記載する被覆層が観察できるように研磨加工して各層の表面方向からみた組織状態を観察し、TiCN粒子の表面方向における組織を特定するとともに平均アスペクト比を測定した。さらに、被覆層の断面を含む任意破断面5ヶ所について走査型電子顕微鏡(SEM)写真を撮り、各写真においてTiCN粒子の組織状態を観察し、断面方向における平均アスペクト比、およびTiCN粒子の平均結晶幅wを測定した。このとき、TiCN層を多層構造とした試料については、下部層については、総膜厚に対して基体側から1  $\mu$ mの高さ位置、上部層については、表面側から0.5  $\mu$ mの高さ位置にそれぞれ図1に示すような線Aおよび線Bを引いて、それぞれの線分上を横切る粒界数を測定してTiCN粒子の結晶幅に換算した値を算出し、写真5ヶ所についてそれぞれ算出した結晶幅の平均値を平均結晶幅として算出した。

【表1】

被覆層	混合ガス組成(体積%)	V <sub>A</sub> (体積%)	V <sub>A</sub> /V <sub>H</sub>	温度(°C)	圧力 (kPa)
下地層(TiN)	TiCl <sub>4</sub> :0.5, N <sub>2</sub> :33, H <sub>2</sub> :残	—	—	900	16
TiCN1<c>	TiCl <sub>4</sub> :1.0, N <sub>2</sub> :43, CH <sub>3</sub> CN, H <sub>2</sub> :残	1.1	0.020	865	9
TiCN2<c>	TiCl <sub>4</sub> :1.0, N <sub>2</sub> :43, CH <sub>3</sub> CN, H <sub>2</sub> :残	1.5	0.028	865	9
TiCN3<c>	TiCl <sub>4</sub> :1.0, N <sub>2</sub> :43, CH <sub>3</sub> CN, H <sub>2</sub> :残	1.8	0.033	865	9
TiCN4<c>	TiCl <sub>4</sub> :1.0, N <sub>2</sub> :25, CH <sub>3</sub> CN, H <sub>2</sub> :残	2.2	0.031	1015	20
TiCN<p>	TiCl <sub>4</sub> :0.8, N <sub>2</sub> :25, CH <sub>4</sub> :7, H <sub>2</sub> :残	—	—	1020	30
TiCNO	TiCl <sub>4</sub> :0.7, CH <sub>4</sub> :4, N <sub>2</sub> :5, CO <sub>2</sub> :0.01, H <sub>2</sub> :残	—	—	1010	10
TiCO	TiCl <sub>4</sub> :0.7, CH <sub>4</sub> :4, CO <sub>2</sub> :0.02, H <sub>2</sub> :残	—	—	1010	10
TiNO	TiCl <sub>4</sub> :0.7, CH <sub>4</sub> :4, N <sub>2</sub> :5, H <sub>2</sub> :残	—	—	1010	10
$\alpha$ - Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	AlCl <sub>3</sub> :15, HCl:2, CO <sub>2</sub> :4, H <sub>2</sub> S:0.01, H <sub>2</sub> :残	—	—	1005	6
$\kappa$ - Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	AlCl <sub>3</sub> :15, HCl:2, CO <sub>2</sub> :4, H <sub>2</sub> S:0.01, H <sub>2</sub> :残	—	—	1005	6
表層(TiN)	TiCl <sub>4</sub> :0.5, N <sub>2</sub> :44%, H <sub>2</sub> :残	—	—	1010	80

【0100】

【表2】

試料 No	下地層	被覆層*			冷却速度 (°C/分)	$F_L/F_U$	TiCN粒子 アスペクト比	表面方向観察
		1層目	2層目	3層目				
1 (0.5)	TiN (6.0)[0.3]	TiCN1< c> (3.0)[1.0]	-	TiCN0 (0.5)	$\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (2.0)	TiN (0.2)	20	3.1 筋状 針状 5
	→ 140N(F <sub>L</sub> )			→ 45N(F <sub>U</sub> )		5N		
2 (0.6)	TiN (3.0)[0.3]	TiN (0.5)	TiCN4< c> (0.8)[1.0]	TiCN0 (1)	$\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (4.0)	TiN (0.5)	20	1.14 筋状 針状 6
	→ 150N(F <sub>L</sub> )		→ 80N(F <sub>L</sub> )	→ 70N(F <sub>U</sub> )		5N		
3 (1)	TiN (3.0)[0.3]	TiCN1< c> (2.0)[0.9]	-	TiCN0 (0.3)	$\alpha$ , $\kappa$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (2.0)	TiN (1)	15	15.0 筋状 針状 6
	→ 150N(F <sub>L</sub> )			→ 10N(F <sub>U</sub> )		5N		
4 なし	TiCN< p> (0.5)[-]	TiCN1< c> (3.0)[0.5]	TiCN3< c> (4.0)[0.9]	TiCN0 (0.1)	$\alpha$ , $\kappa$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (5.0)	なし	25	2.3 筋状 針状 3
	→ 80N(F <sub>L</sub> )		→ 35N(F <sub>U</sub> )					
5 (0.6)	TiCN1< c> (4.0)[0.3]	TiCN3< c> (3.0)[0.8]	-	TiCN0 (0.3)	$\kappa$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (2.0)	TiN (1)	15	6.0 筋状 針状 5
	→ 150N(F <sub>L</sub> )		→ 25N(F <sub>U</sub> )			5N		
6 なし	TiCN2< c> (1.0)[0.3]	TiCN3< c> (4.0)[0.9]	TiCN4< c> (2.0)[1.0]	TiCN0 (1)	$\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (4.0)	TiN (0.5)	25	1.3 筋状 針状 4
	→ 65N(F <sub>L</sub> )		→ 50N(F <sub>U</sub> )			5N		
7 (0.6)	TiCN3< c> (0.3)[0.8]	TiCN3< c> (3.0)[0.8]	-	TiCN0 (1.5)	$\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (5.0)	なし	10	1.0 筋状 等方状 1.2
	→ 80N(F <sub>L</sub> , F <sub>U</sub> )		→ 80N(F <sub>L</sub> , F <sub>U</sub> )					
8 なし	TiCN3< c> (0.3)[0.8]	TiCN2< c> (3.0)[0.4]	-	TiCN0 (0.5)	$\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (3.0)	TiN (0.2)	20	1.03 筋状 等方状 1.5
	→ 33N(F <sub>L</sub> )		→ 32N(F <sub>U</sub> )			5N		
9 (0.6)	TiCN1< c> (7.0)[0.3]	-	-	-	$\kappa$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (7.0)	TiN (0.2)	40	33.0 筋状 20 針状 8
	→ 100N(F <sub>L</sub> )		→ 3N(F <sub>U</sub> )				→ 3N(F <sub>U</sub> )	

\* ( )は層厚み、[ ]は平均結晶幅を示す。単位は  $\mu$ m である。TiCN< c>, TiCN< p>はそれぞれ柱状TiCN、粒状TiCNを示す。  
被覆層の各層の下欄は各層の剥離荷重(N)を示す。→の表記はその上の層とともに剥離したことを意味する。

## 【0101】

そして、この切削工具を用いて下記の条件により、連続切削試験および断続切削試験を行い、耐摩耗性および耐欠損性を評価した。結果を表3に示した。

## 【0102】

(連続切削条件)

被削材：ダクタイル鋳鉄4本溝付スリーブ材 (FCD700)

工具形状: CNMA120412

切削速度：250m/分

送り速度：0.3mm/rev

切り込み：2mm

切削時間：20分

その他：水溶性切削液使用

評価項目：顕微鏡にて切刃を観察し、フランク摩耗量・先端摩耗量を測定

(断続切削条件)

被削材：ダクタイル鋳鉄4本溝付スリーブ材(FCD700)

工具形状：CNMA120412

切削速度：250m/分

送り速度：0.3~0.5mm/rev

切り込み：2mm

その他：水溶性切削液使用

評価項目：欠損に至る衝撃回数

衝撃回数1000回時点で顕微鏡にて切刃の被覆層の剥離状態を観察

【表3】

試料 No.	摩耗試験・摩耗量(mm)		耐欠損試験 欠損した 衝撃回数(回)	硬質被覆層の状態
	フランク摩耗	先端摩耗		
1	0.14	0.13	5000	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 層微少剥離
2	0.22	0.20	4300	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 層微少剥離
3	0.20	0.18	4000	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 層微少剥離
4	0.12	0.11	4700	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 層微少剥離
5	0.19	0.17	4500	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 層微少剥離
6	0.17	0.16	4700	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 層微少剥離
7	0.35	0.32	1100	チッピング大 (母材露出)
8	0.40	0.41	2500	チッピング大 (母材露出)
9	0.43	0.40	1700	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 層剥離

### 【0103】

表1~3より、 $F_L/F_U$ が1.1より小さい試料No.7および8ではチッピングが発生して耐欠損性に劣るものであった。さらに $F_L/F_U$ が3.0を超える試料No.9ではAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層が早期に剥離してしまい、摩耗の進行が速いものであった。

### 【0104】

これに対して、本発明に従い、 $F_L/F_U$ が1.1~3.0の範囲内に制御されたNo.1~6ではいずれも被覆層の剥離が発生せず、特に、 $F_L/F_U$ が1.2~1.0の範囲内に制御されたNo.1、4~6では断続切削試験において衝撃に耐えうる衝撃回数がさらに向上し、さらには、 $F_L/F_U$ が1.5~5の範囲内に制御されたNo.1、4では、連続切削においても断続切削においても長寿命であり、耐欠損性および耐チッピング性とも優れた切削性能を有するものであった。

### 【実施例2】

#### 【0105】

平均粒径0.3μmのWC粒子を主とする超微粒超硬合金基体に対して、イオンプレーティング法にて下部層：TiAlCrN層(膜厚2μm)、上部層MoS<sub>2</sub>層(膜厚1μm)の2層からなる被覆層を成膜した。

#### 【0106】

実施例1と同様にスクラッチ強度を評価した結果、 $F_U$ (上部層)=30N、 $F_L$ (下部層)=80N、 $F_L/F_U=2.7$ であった。この構成からなる内径加工用のスローア

ウェイチップを作製して切削したところ耐摩耗・耐欠損とも優れた実用的なものであることがわかった。

【実施例3】

【0107】

合金鋼からなる基体に対して、イオンプレーティング法にて、1層目：TiCN層（膜厚 $1\mu\text{m}$ ）、2層目：TiAlN層（膜厚 $2\mu\text{m}$ ）、3層目：CrN層（膜厚 $0.5\mu\text{m}$ ）の3層からなる被覆層を成膜した。

【0108】

実施例1と同様にスクラッチ強度を評価した結果、 $F_U$ （上部層：TiAlN層）=40N、 $F_L$ （下部層：TiCN層）=60N、 $F_L/F_U = 1.3$ であった。この構成からなる金型を作製して成形試験を行ったところ耐摩耗・耐欠損とも優れた実用的なものであることがわかった。

【図面の簡単な説明】

【0109】

【図1】本発明の表面被覆部材の一例である表面被覆切削工具の破断面の一例についての走査型電子顕微鏡写真である。

【図2】（a）本発明の表面被覆部材の微細TiCN層に好適な組織を表面から観察した際の走査型電子顕微鏡写真である。

【0110】

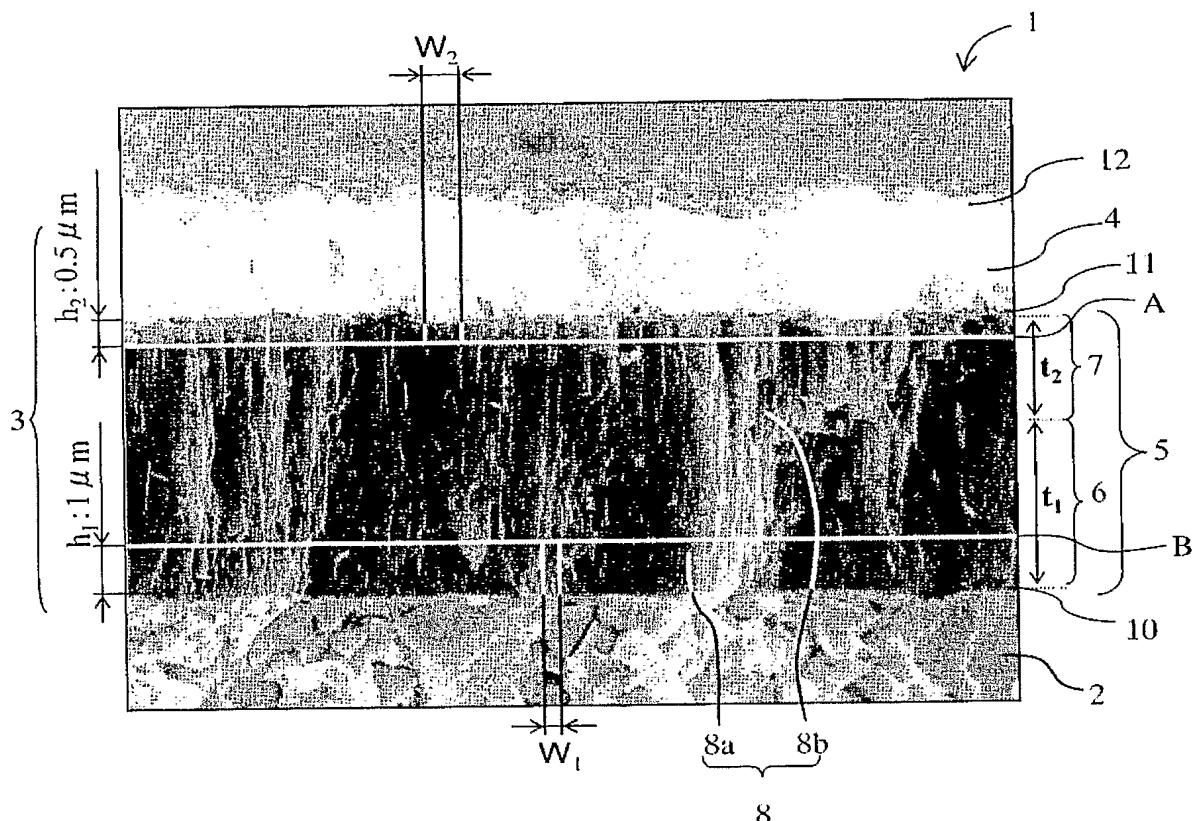
（b）本発明の他の表面被覆部材のTiCN層（上部TiCN層として好適な組織）を表面から観察した際の走査型電子顕微鏡写真である。

【符号の説明】

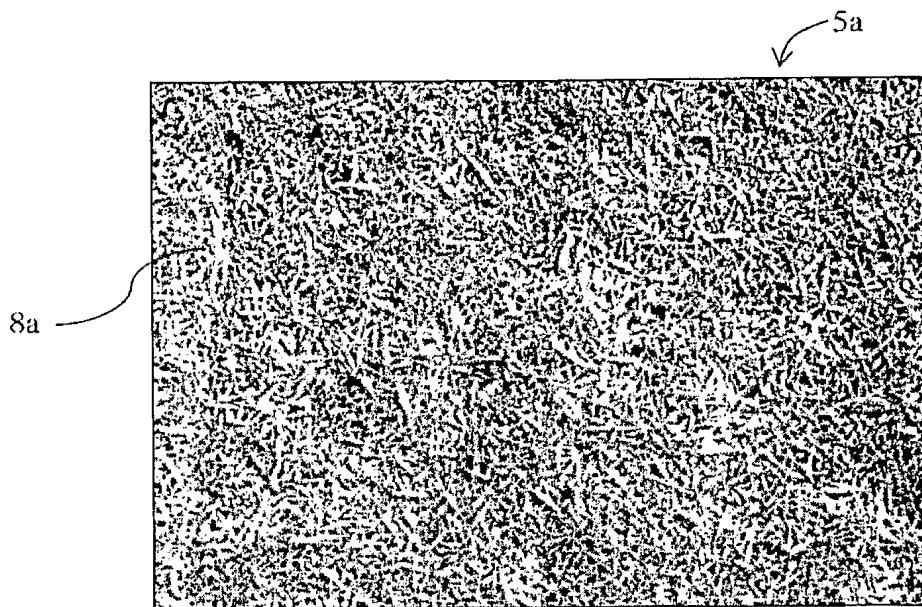
【0111】

- 1： 表面被覆切削工具（工具）
- 2： 基体
- 3： 被覆層
- 4： Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層（上部層）
- 5： TiCN層（下部層）
  - 5a：微細TiCN層
  - 6： TiCN下層
  - 7： TiCN上層
  - 8： TiCN粒子
  - 8a：微細TiCN粒子
  - 8b：TiCN上層中のTiCN粒子
- 10： 下地層
- 11： 中間層
- 12： 表層（TiN層）
- A： Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層とTiCN層との界面より基体に向かって $0.5\mu\text{m}$ の位置を示す線
- B： 基体とTiCN層との界面よりAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層に向かって $1\mu\text{m}$ の位置を示す線
- h<sub>1</sub>： TiCN下層の平均結晶幅を測定する高さ位置
- h<sub>2</sub>： TiCN上層の平均結晶幅を測定する高さ位置
- w<sub>1</sub>： TiCN下層の平均結晶幅
- w<sub>2</sub>： TiCN上層の平均結晶幅
- t<sub>1</sub>： TiCN下層の膜厚
- t<sub>2</sub>： TiCN上層の膜厚

【書類名】 図面  
【図 1】



【図2】



(a)



(b)

【書類名】要約書

【要約】

【課題】 硬度、韌性が高く、耐欠損性および耐摩耗性に優れた表面被覆部材を提供する。

【解決手段】 基体2の表面に、少なくとも、1層以上からなる下部層5と、1層以上からなる上部層4とを順次被着させた状態の被覆層3を具備する表面被覆切削工具1であって、上部層4が下部層5から剥離し始める剥離荷重をF<sub>U</sub>、下部層5が基体2から剥離し始める剥離荷重をF<sub>L</sub>としたとき、その比(F<sub>L</sub> / F<sub>U</sub>)を1.1~3.0とする。

【選択図】 図1

特願 2004-138863

出願人履歴情報

識別番号 [000006633]

1. 変更年月日 1998年 8月21日

[変更理由] 住所変更

住所 京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町6番地

氏名 京セラ株式会社